

PUBLICATION NUMBER : 57095834
PUBLICATION DATE : 14-06-82

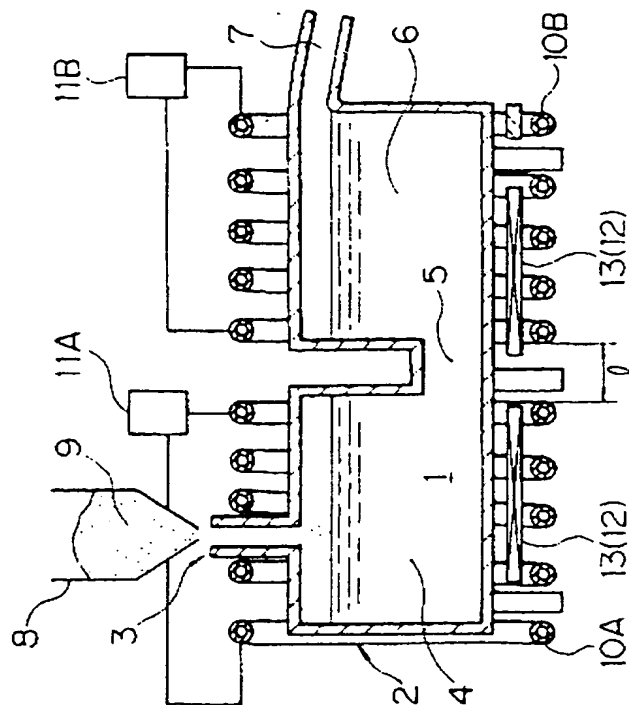
APPLICATION DATE : 05-12-80
APPLICATION NUMBER : 55171806

APPLICANT : NIPPON SHEET GLASS CO LTD;

INVENTOR : TACHIBANA MASAKIYO;

INT.CL. : C03B 5/02 // F27D 11/06 H05B 3/60

TITLE : MANUFACTURE OF GLASS BY HIGH FREQUENCY INDUCTION HEATING



ABSTRACT : PURPOSE: To enhance the transparency and quality of glass by dividing a work coil for induction-heating glass in a container into a plurality of sections and by separately controlling the divided coils to divide molten glass into a higher temp. melting zone and a lower temp. refining zone in the flowing direction.

CONSTITUTION: Starting material glass 9 is introduced into a melting chamber 4 from the charge inlet 3 in a stationary state, and high frequency voltages are separately applied to work coils 10A, 10B enclosing a melting container 2 from oscillators 11A, 11B. Glass is melted at a high temp. such as about 1,350~ 1,500°C in the chamber 4, and molten glass flowing into a refining chamber 6 through a throat 5 is refined by holding at a temp. below the temp. of the chamber 4.

COPYRIGHT: (C)1982,JPO&Japio



⑩ 日本国特許庁 (JP) ⑪ 特許出願公開
⑫ 公開特許公報 (A) 昭57—95834

⑬ Int. Cl.³ 識別記号 庁内整理番号 ⑭ 公開 昭和57年(1982)6月14日
C 03 B 5:02 7344-4G
F 27 D 11:06 7619-4K
H 05 B 3:60 7708-3K 発明の数 1
審査請求 未請求

(全 6 頁)

⑮ 高周波誘導加熱によるガラス製造方法

⑯ 特 願 昭55—171806
⑰ 出 願 昭55(1980)12月5日
⑱ 発 明 者 山岸隆司
伊丹市南野飛田1006--25
⑲ 発 明 者 買手良一
西宮市仁川町2丁目1番21—41

0
⑳ 発 明 者 野口幸男
豊中市旭丘9番52—3
㉑ 発 明 者 橘正清
大阪市平野区流町3—12—16
㉒ 出 願 人 日本板硝子株式会社
大阪市東区道修町4丁目8番地
㉓ 代 理 人 弁理士 大野精市

明 細 書

1. 発明の名称

高周波誘導加熱によるガラス製造方法

2. 特許請求の範囲

ガラス溶解容器をワークコイルで囲み、このワークコイルに高周波電圧を印加して容器内のガラスを誘導加熱溶解する方法において、前記ワークコイルをガラスの流れ方向に複数セクションに分割分離して各セクションのワークコイルに供給する高周波エネルギーを個別に制御し、これによりガラス中に高温の溶解域とこれよりも低温の溶融域を生成させ、前記容器の一箇所からガラス原料を連続的又は間歇的に供給しつつ他箇所から溶融ガラスを連続的又は間歇的に取り出すようにした高周波誘導加熱によるガラス製造方法。

3. 発明の詳細な説明

本発明は既透明、高品質が要求される光伝送体ガラスや光学ガラスを連続的に製造する方法に関する。

一般にガラスを連続的に溶解する方法として以下に述べる方法を挙げることができる。

- (1) 間接加熱による方法：板ガラス業に代表されるような液体燃料あるいは気体燃料を燃焼させ、ガラス及びガラス溶解容器を加熱する方法と抵抗発熱体に通電し、その発熱熱でガラス及びガラス溶解容器を加熱する方法である。
- (2) 直接通電による方法：これは一般に電気溶融法と呼ばれているものでガラス融液中に設けた電極材を介して、商用周波数の電流を流すと電導体であるガラス融液内部でジュール熱による発熱が生じ、この熱によりガラスを連続的に溶解する方法である。

上記の方法に於て(1)の気体又は液体燃料を燃焼させる方法では燃料中に含まれる不純物による汚染及び燃焼ガス中に含まれる水分がガラス中に多量に溶け込み、光吸収損失を増大させるため高透明ガラスの溶融には適さない。

(2)のうち抵抗発熱体を用いる方法では、発熱体及び材料中に含まれる溶移金属が炉内雰囲気中に

発散し、ガラスを汚染する。遷移金属の汚染を極度にさげなければならない光伝送体ガラスの製造に於て発熱体及び炉体とガラス溶解容器の間に石英製のマッフルを設けて、汚染に対する工夫も行なわれている。ガラス溶解容器として石英ガラスを用いれば容器よりの汚染は少なくすることができるが、石英ガラスの侵食が激しく、短時間の溶融に限られ連続溶融は困難である。また、ガラス溶解容器として白金の容器を使用すれば当該溶融中に含まれる遷移金属によりガラスは汚染されるし、且つ白金自身もガラス中に溶け込み光吸収損失を増大させる。

(2)に関しては連続溶融法としては非常に有効な方法である。しかし、電極材を直接ガラスに挿入するため当該電極材より多量の不純物がガラス中に混入し、ガラスがひどく汚染されるため高透明ガラスの溶融には適さない。

最近開発された方法として(3)気相合成法がある。代表的な気相合成法としてV. A. D (VAPOR AXIAL DEPOSITION) 法を挙げることができる。当該方法

(3)

通常、高周波誘導加熱と呼ばれている方法は、溶解すべき物質により適正な交番電流をワークコイルに通じる必要がある。これは被加熱物質の固有抵抗と関係している。例えば金属の溶解には数十〜数百KHz、ガラスの溶解には数MHzの高周波が選ばれる。

高周波誘導加熱の利点はガラス融液自身が発熱するため、ガラス溶解容器を十分冷却することが可能となり、該容器の侵食を抑制し、不純物の混入を防ぐことができる点にあり、高透明ガラス、特に光伝送体ガラスの溶融に応用されている。

従来の高周波を利用したガラスの溶解方法では、まずガラス溶解容器にガラス原料を入れ、該容器底あるいは側壁にグラファイトブロック等のサセプタを設置し、これに高周波を印加するとサセプタが発熱する。この熱により該容器内のガラス原料が加熱され次第にガラス融液が形成される。ある程度ガラス融液が形成されるとガラス自身が十分の発熱値を持つ様になるので、サセプタを除去してもガラスの温度は十分高く保持することがで

(5)

は大別すれば(1)の間接加熱による方法に含まれるが、溶解容器を用いない点に特徴がある。当該方法はガラス原料として低沸点の SiO_2 や GeO_2 等の塩化物を高温度で水素還元分解を行ない、当該反応で得られたススを石英棒等のターゲットに堆積せしめプリフォームを形成し、次に加熱処理して高透明光伝送体を連続的に製造する方法である。

しかし、当該方法は所謂シリカ系ファイバに適する製造方法である。この方法では多成分系ガラスの製造は難しいとされ、高屈折率系の光伝送体等を得ることが不可能と考えられている。また、堆積物の収率、堆積速度とも低く、高価になる。

近年、高透明ガラスの溶解に高周波誘導加熱が応用されている。

高周波誘導加熱の原理はワークコイルに高周波交番電流を通じると、コイル内の被加熱物(電導体)自身に起電力が発生し、誘導電流が流れる。この電流をうず電流と呼び発熱はこのうず電流損によって生じる。

(4)

きる。

次いで該容器の侵食を防ぐため該容器外部より冷却を行なう。この後ガラス原料をガラス融液上に投入し、該容器の約8割がガラス融液で満たされる迄ガラス原料の投入が続けられる。この後はガラス融液に含まれる未溶解原料の消滅及び膨泡と均質化のため一定時間加熱される。しかる後ガラス融液の温度を下げ、粘性が約 10^5 ポアズにてガラス表面よりガラス棒を引上げている。また、別の方法ではガラス融液を鋳型に流し込み、徐冷後切断、研磨を行ない所望の形状のガラスを得ている。

一般に実用的な溶融ガラス製品を得る上で溶解、清澄、温度調整の段階が不可欠であり、上記した従来のパッチシステムによる高周波誘導加熱では時間的経過で上記各段階に適した温度履歴をガラスに与えている。

このため不必要な工程を含んだり、製品の歩留りも悪く生産性も低いという問題があった。

本発明の主な目的は、高透明、高品質のガラス

(6)

を多量且つ廉價に連続製造する方法を提供することである。

本発明の他の目的は、嵩高波誘導加熱を用いて溶融ガラスを連続的に成型する方法を提供することである。

すなわち、本発明はガラス溶解容器をワークコイルで囲み、このワークコイルに高周波電圧を印加して容器内のガラスを誘導加熱溶解する方法において、前記ワークコイルをガラスの流れ方向に複数セクションに分開分離して各セクションのワークコイルに供給する高周波エネルギーを個別に制御し、これによりガラス中に高温の溶解域とこれよりも低温の凝固域を生成させ、前記容器の一領域からガラス原料を連続的又は間欠的に供給しつつ他領域から熔融ガラスを連続的又は間欠的に取り出すことを要旨としている。

本発明において隣接するワークコイル間の間隔の選定は重要な要素である。

すなわち、ガラス溶融に適した高い周波数(数MHz)になるとそれぞれのワークコイル同士が相互に干渉(?)

融ガラスに比べて比抵抗が著しく大で且つ高耐蝕性の材質例えば石英からなる容器であり、容器²は天井部に原料投入口³をもつ溶解室⁴と、この溶解室⁴と区画されており底部でスロート⁵を道して連通する消滅室⁶を有し、消滅室⁶の端部には溶融ガラス取出口⁷が設けてある。

また、投入口3の上方にはホッパーがあり、その内部に粉末原料、液体原料、ガラスクレットを適宜混合して所定成分に調整したガラス原料が貯蔵してある。

また、容器 1 の応答室 4 と清度室 6 をそれぞれ四
む如く二つのセクションにワークコイル 10A・10
B が前述した所定の間隔 1 をおき中心軸線と共直
にして設けてあり、これらのワークコイル 10A
および 10B はそれぞれ別個の高周波発振機 11A・
11B に接続されている。

ワークコイル 10A・10B は例えば銅管で構成して管内に冷却水を通す。

上記装置でガラスを溶解する場合、当初容器内の底層とワークコイル10A・10Bとの間にグラファ

渉し合い、上記間隔が不適当なときはコイル間で
 スパークを起したり、寄生振動が発生し発電機を
 損傷することにもなる。

また、コイルから発生する磁界により近接する他コイルに誘起電流が発生し印加電圧が大^きく変動する。

このため印加能圧の制御ができなくなる。

本発明者らは、実験検討を根拠とした結果、コイル間距離を40mm以上好ましくは50mm以上とすること及び発振機A及びBの発振周波数の差を50KHz以上好ましくは100KHz以上にすることにより複数のコイルを併接して使用できることを見出し、また発振周波数が同一のときはコイル間距離を70mm以上好ましくは100mm以上離すことにより相互干渉による影響を実用的に無視できる程度迄低減できることも見出すに至った。

本発明はこの知見に基づき完成したものである。

以下、本発明を図面に示した実施例につき詳細に説明する。

第 1 図において、1 は溶融ガラス，2 は高温溶
(8)

イトブロック野からなるサセブタノ2を介在させ、この状態でガラス原料ヲを投入口ヲを通じて溶融室4内に導入し、ワークコイル10A・10Bに発熱電圧//A・//Bで高周波電圧を印加する。

これによりサセプタノ２が誘導加熱され、容器ノ内のガラス原料がサセプタノ２の輻射熱により次第にガラス化しガラス融液となる。

ある程度のガラス融液が生成された段階でセセプ
タノ２を除去し、代りに冷却装置ノ３を設置して
容器ノの底壁及び側壁を冷却し高濃ガラス融液に
よる侵食から保護する。

なお、冷却装置ノ3を設置してもガラス融液は自己発熱しているため内方では高温に保持されている。

ガラス融液が容器ノの内容積の8割程度になるまでガラス原料ヲの投入を行ない、その後は連続的又は間けつ的に原料を投入しつつ取出し口ヲから前融ガラスをオーバーフローの形で連続的又は間けつ的に取出す。

定常状態においては、所辨室4内で1350~1500

℃程度の高温でガラスの粗溶解を行ない、スロート5を通して流れ込む消液室6内の溶融ガラスを溶解室4におけるよりもより低温度、一例として1200~1250℃前後に保持してここで脱泡、均質化を行なう。

取り出された溶融ガラスは例えば棒状に成形され、屈折率分布型レンズあるいはファイバー製造用母材として使用される。

第2図に本発明を実施するための他の装置例を示す。

本例は溶解室4内のガラスを加熱するワークコイル10Aと消液室6内のガラスを加熱するワークコイル10Bをそれぞれ軸線を垂直にして設置し、且つ消液室6の上方を開放した構造として消液室6内の溶融ガラスを連続的に引き上げることによってガラス棒1Aを直接連続成形するようにした方法である。

第3図は本発明のさらに他の実施例を示し、本例はガラス溶解容器2を、原料投入口3、溶解室4、スロート5、消液室6、ノズル15、溶融ガラス(11)

定常的な消液ゾーンを生成させる。

そして容器2から取り出されるガラス中に含まれる欠点の粗度に応じて中間のワークコイル10Cに印加する高周波電力を調整して溶解ゾーンあるいは消液ゾーンの範囲を拡張する。

例えばガラス原料投入量及び取出し溶融ガラス量を次第に増加させていくとガラス中に未溶解物が検出されるようになる。このような場合はワークコイル10Cを高温度側に制御して溶解ゾーンを拡大して未溶解物の消失を促進させる。

また、泡が残存する場合は、泡の大きさが0.1mmないし数mm程度であれば上記と同じく高温の溶解ゾーンを拡張する方向にワークコイル10Cを制御することが好ましく、数ミクロンないし数十ミクロンの微小泡であれば消液ゾーンを拡張するように温度制御することが望ましい。

実施例1

第1図に示した装置において、容器2として石英ガラス製の溶融ガラス容器が約6kgの大きさのものを使用し、ワークコイル10A、10Bとして

(13)

ガラス取出口7が中心軸線を共通として上方から下方に順次設けられた縦型構造とし、上方から投入したガラス原料9を上段のワークコイル10A、高周波発振機11Aで誘導加熱して溶解室4内で粗溶解し、下段のワークコイル10Bと発振機11Bにより溶融ガラスを消液室6内で上段よりも低温度に誘導加熱して脱泡消液を行ない、リングヒーター14で温度制御されるノズル15を通じてガラスロッド1Aとしてまたは流動状態のまま溶融ガラスが取り出される。

第4図に示した例は、容器2に溶解室、消液室の区画を設けず、溶融ガラスの液面位置からノズル15の入口まで同一径の構造とし、3つの高周波発振機11A、11B、11Cによってそれぞれ独立に制御されるワークコイル10A、10B、^{10C}を相互に適宜間隔 δ_1 、 δ_2 をおいて直列に設置した装置である。

上記装置により、最上段のワークコイル10Aで溶融ガラスの中に定常的な溶解ゾーンを生成させ、最下段のワークコイル10Bで上記よりも低温度の(12)

外径 ϕ mmの銅パイプを内径150mmのコイル状に巻回したものを使用し、両コイルの間隔 δ を60mmに設定した。

ガラス原料として二酸化珪素、硝酸ナトリウム、酸化銅素、炭酸カルシウム、酸化ジルコニウム及び消液剤として三二酸化アンチモンを使用し、溶解室用高周波発振機11Aの発振周波数を400MHz、陽極電圧(E_p)を60KV、陽極電流(I_p)を44Aとし、消液室用発振機11Bの発振周波数を395MHz、 E_p を47KV、 I_p を3.0Aとして連続溶解を行なった。

投入量はガラス換算で20g/minを投入し、この電に見合う量を取出し口7から流し出しグラファイト製のモールドに流し込んだ。得られたガラス塊を切断、研磨後、肉眼、光学顕微鏡及びHeNeレーザーでガラスの欠点を調べたが、泡、懸濁、未溶解及び異物等の欠点はなかった。また、ガラスの一部を二重のつぼみで線引きし、透過損失を測定した結果、波長が0.83 μ mに於ける光吸収損失は7.5dB/Kmであり、パッチシステムと比較する

(14)

と 0.54dB/Km 低い値となった。この原因は連続溶融では手作業がなくなったことにより外部よりの汚染がなくなったことによると考えられる。

実施例2

第2図の装置において、発振機//Aの発振周波数を 400MHz 、発振機//Bの発振周波数を 370MHz 、両コイル間距離 L を 45mm とし、石英製の容器2を用いてガラス原料は二酸化珪素、硝酸ナトリウム、酸化銅素、炭酸カルシウム、硝酸バリウム及び清澄剤として亜硫酸を使用し、発振機//Aの E_p を 5.7KV 、 I_p を 4.2A 、発振機//Bの E_p を 4.5KV 、 I_p を 2.9A で連続溶融を行なった。

パッチ投入量はガラス換算で 17g/min を投入し、この量に見合う量を清澄部のガラス自由表面よりガラスロッドの形で連続的に引上げた。

引上げたロッド中には実施例1と同様の検査を行なったが欠点はなかった。

二重のつば法で繰引きしたファイバーの光損失は 0.83μ で 0.21dB/Km であった。

(15)

一方、パッチ投入量をガラス換算で 30g/min とし同様の条件で連続溶融したところ、 $10\sim40\mu$ 程度の未溶解物がガラスロッド1m当り3~5ヶ発見された。また、 $30\sim60\mu$ の泡がロッド1m当り0~2ヶ存在した。

なお、パッチ投入量をガラス換算で 22g/min の投入速度で得られたガラスロッドを再溶解しプラスチッククラッドを被覆したファイバーに形成し、波長が 0.83μ の光損失を測定したところ 5.4dB/Km の値が得られた。

実施例4

第4図に示した装置において発振機//Aの周波数を 430MHz 、//Bを 350MHz 、//Cを 395MHz 、コイル間距離は L_1 を 50mm 、 L_2 を 70mm とした。

カレットの使用量（最初のみ）ガラス原料及び割合割合は実施例3と全く同じものである。

ガラス溶解容器は石英ガラスである。

発振機//Aの E_p は 6.5KV 、 I_p は 4.8A 、発振機//Cの E_p は 6.2KV 、 I_p は 4.4A 、発振機//Bの

(17)

実施例3

第3図の装置において、発振機//Aの周波数を 350MHz 、//Bの周波数を 430MHz 、コイル間距離 L を 50mm とした。

本実施例では、予じめ用意した高透明カレットを容器底より 50mm の高さ迄充満し、その上にパッチを投入した。

ガラス原料は二酸化珪素、炭酸ナトリウム、酸化銅素、酸化亜鉛、水酸化アルミニウム、清澄剤としては亜硫酸を使用した。

ガラス溶解容器は石英ガラスを用い、底部のノズル先端よりガラスロッドを引出した。

発振機//Aの E_p は 6.5KV 、 I_p は 4.8A 、発振機//Bの E_p は 5.5KV 、 I_p は 3.5A で溶融を行なった。

パッチ投入量はガラス換算で 22g/min の投入速度で行ない、この量に見合う量をノズル先端より引出した。

引出したロッド中には実施例1と同様の検査を行なったが欠点は全くなかった。

(16)

E_p は 5.5KV 、 I_p は 3.6A で連続溶融を行なった。パッチ投入量はガラス換算で 30g/min で行なったが、得られたガラスロッド中に欠点は全く無かった。

図面の簡単な説明

第1図は本発明の一実施例を示す縦断面図、第2図は本発明の他の実施例を示す縦断面図、第3図は本発明のさらに他の実施例を示す縦断面図、第4図は本発明のさらに他の実施例を示す縦断面図である。

1 溶融ガラス 2 溶解容器
3 原料投入口 4 溶解室
5 スロート 6 清澄室
7 溶融ガラス取出口 8 ノズル
9 ガラス原料 10A, 10B, 10C ワークコイル //A, //B, //C 高周波発振機
12 リセプタ 13 冷却装置
14 ヒーター 15 ノズル

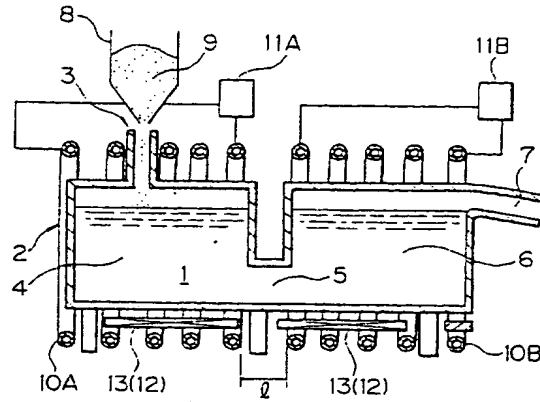
特許出願人 日本板硝子株式会社

代理人 赤尾士 大野 精 市

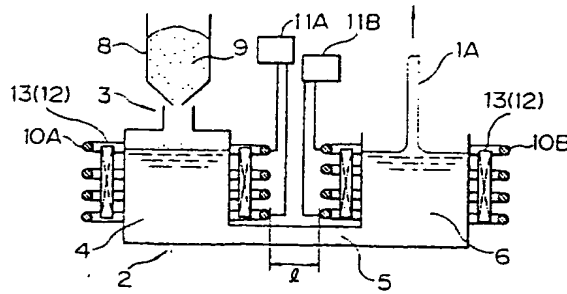


(18)

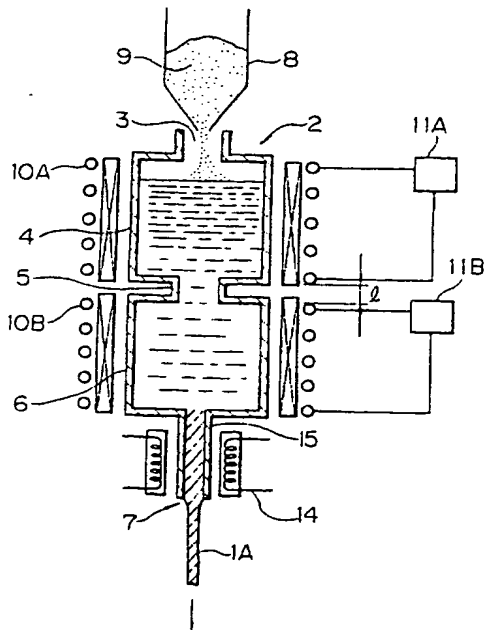
第 1 図



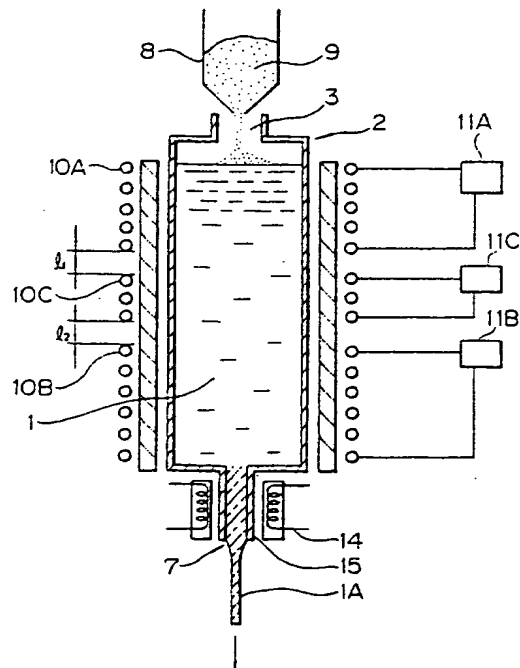
第 2 図



第 3 図



第 4 図

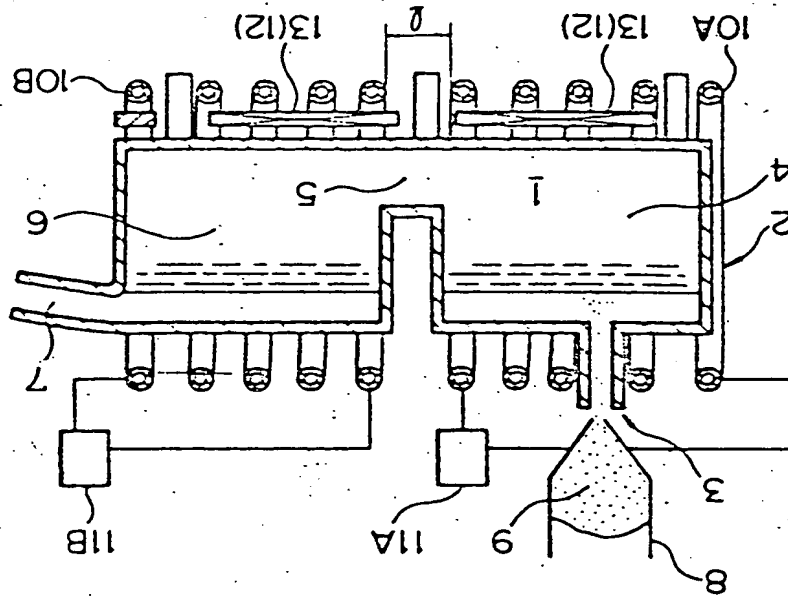


(54) MANUFACTURE OF GLASS BY HIGH FREQUENCY INDUCTION HEATING

(11) 57-95834 (A) (43) 14.6.1982 (19) JP
 (21) Appl. No. 55-171806 (22) 5.12.1980
 (71) NIHON ITO GLASS K.K. (72) TAKASHI YAMAGISHI(3)
 (51) Int. Cl. C03B5/02//F27D11/06,H05B3/60

PURPOSE: To enhance the transparency and quality of glass by dividing a work coil for induction-heating glass in a container into a plurality of sections and by separately controlling the divided coils to divide molten glass into a higher temp. melting zone and a lower temp. refining zone in the flowing direction.

CONSTITUTION: Starting material glass 9 is introduced into a melting chamber 4 from the charge inlet 3 in a stationary state, and high frequency voltages are separately applied to work coils 10A, 10B enclosing a melting container 2 from oscillators 11A, 11B. Glass is melted at a high temp. such as about 1,350~1,500°C in the chamber 4, and molten glass flowing into a refining chamber 6 through a throat 5 is refined by holding at a temp. below the temp. of the chamber 4.



LEGENDE zu den Bibliographiedaten

(54) Titel der Patentanmeldung
 (11) Nummer der JP-A2 Veröffentlichung
 (21) Aktenzeichen der JP-Anmeldung
 (43) Veröffentlichungstag

(22) Anmeldetag in Japan
 (71) Anmelder (72) Erfinder
 (52) Japanische Patentklassifikation
 (51) Internationale Patentklassifikation

2u P/14 F46

